



(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 1 005 795 A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
07.06.2000 Patentblatt 2000/23

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>: **A23L 1/08, A23L 2/84**

(21) Anmeldenummer: 98122956.0

(22) Anmeldetag: 03.12.1998

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(71) Anmelder: **Dr. Marcus GmbH**  
**21502 Geesthacht (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Klingenberg, Andreas Dr. rer. nat.**  
**21465 Reinbek (DE)**  
• **Marx, Jana Dipl.-Ing. (FH)**  
**21481 Lauenberg (DE)**

(74) Vertreter:  
**Richter, Werdermann & Gerbaulet**  
**Neuer Wall 10**  
**20354 Hamburg (DE)**

### (54) Verfahren zur Herstellung von Frucht- und Gemüsesaftkonzentraten

(57) Um ein Verfahren zu schaffen, das es ermöglicht, Frucht- und Gemüsesaftkonzentrate herzustellen, die gegenüber naturbelassenen Frucht- und Gemüsesäften bzw. Konzentraten eine verbesserte Zusammensetzung der Inhaltsstoffe, d. h. eine Erhöhung der Konzentration von Polyphenolen bei gleichzeitiger Reduzierung von Zuckern und Säuren, besitzen, wird vorgeschlagen, Frucht- oder Gemüsesaft oder ein entsprechendes Konzentrat, das mit Wasser verdünnt wird, mit einer Mischung aus Pektinasen und Cellulasen, Hemicellulasen und/oder Proteasen enzymatisch zu behandeln, wobei die entstehenden Trubstoffe nach Sedimentation abfiltriert werden, und anschließend einer Ultrafiltration zu unterziehen, wobei die Trenngrenze des Filters zwischen 2.000 und 20.000 Dalton liegt.

**EP 1 005 795 A1**

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Frucht- und Gemüsesaftkonzentraten mit erhöhtem Polyphenolgehalt und vermindertem Zucker- und Säuregehalt.

[0002] Frucht- und Gemüsesäfte bzw. deren Konzentrate enthalten eine Vielzahl der unterschiedlichsten Inhaltsstoffe, die überwiegend positiv auf die Gesundheit einwirken. Von besonderem Interesse sind dabei die Polyphenole, zu denen die Anthocyane und die Flavonoide zählen und denen u. a. antioxidative Wirkungen zugeschrieben werden. Andererseits sind in Frucht- und Gemüsesäften oftmals sehr hohe Konzentrationen an Zuckern und Säuren enthalten, die sich auf die Gesundheit negativ auswirken können, wie z. B. bei Karies, Diabetes u. dgl..

[0003] Es ist daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zu schaffen, das es ermöglicht, Frucht- und Gemüsesaftkonzentrate herzustellen, die gegenüber naturbelassenen Frucht- und Gemüsesäften bzw. Konzentraten eine verbesserte Zusammensetzung der Inhaltsstoffe, d. h. eine Erhöhung der Konzentration von Polyphenolen bei gleichzeitiger Reduzierung von Zuckern und Säuren, besitzen.

[0004] Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des Anspruchs 1 gelöst.

[0005] Dazu wird ein erfindungsgemäßes Verfahren bereitgestellt, das eine Anreicherung von hochmolekularen Inhaltsstoffen mit einem MG > 500 bzw. der polyphenolischen Inhaltsstoffe, einschließlich der Anthocyanfarbstoffe, bei gleichzeitiger Verminderung der niedermolekularen Inhaltsstoffe mit einem MG < 200 bzw. des Gesamtzuckergehaltes und der Säuren bei Frucht- und Gemüsesäften mittels Ultrafiltration erlaubt.

[0006] Zur Durchführung des Verfahrens wird das entsprechende Frucht- oder Gemüsesaftkonzentrat zur Herstellung eines Vorproduktes mit Wasser verdünnt. Um die Viskosität des verdünnten Konzentrates zu verringern, wird eine enzymatische Behandlung durchgeführt. Dazu werden flüssige, hoch konzentrierte pektolytische Präparate verwendet, die vorzugsweise Pektinasen und Cellulasen, Hemicellulasen und/oder Proteasen aufweisen, wobei die Pektinasen die Hauptaktivität darstellen und die anderen Enzyme nützliche Nebenaktivitäten. Derartige pektolytische Präparate sind kommerziell für die Fruchtsaftverarbeitung erhältlich. Die enzymatische Behandlung wird unter Erwärmung durchgeführt. Nach Abschluß der Behandlung wird das verdünnte Konzentrat auf Raumtemperatur abgekühlt, und anschließend läßt man die Trubstoffe sedimentieren. Die Trubstoffe werden mittels einer konventionellen Filtration, z. B. Beutel-, Kerzen- oder Nanofiltration, abgetrennt. Das filtrierte Vorprodukt wird im Anschluß pasteurisiert. Danach wird mit dem Vorprodukt erfindungsgemäß eine Ultrafiltration durchgeführt, durch die die Polyphenole im Retentat angereichert

werden, während die Zucker und Säuren mittels des Permeates abgetrennt werden.

[0007] Bei der Ultrafiltration handelt es sich um ein druckbetriebenes Membranverfahren, bei dem die Überströmgeschwindigkeit möglichst hoch angesetzt werden sollte. Dazu werden erfindungsgemäß asymmetrische polymere Ultrafiltrationsmembranen verwendet. Geeignet sind beispielsweise Polysulfonmembranen, Polyethersulfonmembranen und deren hydrophile Varianten, Polyaramidmembranen und deren hydrophile Varianten. Bei den erfindungsgemäß verwendeten Membranen werden die höher molekularen Polyphenole zurückgehalten und die niedriger molekularen Verbindungen, wie Zucker und Säuren können die Membran passieren.

[0008] Um die Polyphenole während des Prozesses nicht oxidativ zu belasten, erfolgt die Ultrafiltration bei einer Temperatur wenig über der Raumtemperatur. Bei Erreichen der gewünschten Polyphenolkonzentration im Retentat wird die Ultrafiltration beendet, wobei das Retentat das erfindungsgemäße Endprodukt darstellt.

[0009] Das erfindungsgemäße Verfahren wird nach einer bevorzugten Ausführungsform wie folgt durchgeführt:

1. Herstellung des Vorproduktes aus Frucht- oder Gemüsesaftkonzentraten, z. B. mit 30-40 % Wassergehalt.

- Verdünnung des Konzentrates mit Wasser im Verhältnis 1:2 - 1:9, vorzugsweise im Verhältnis 1:4.

- Herstellen von wäßrigen Enzymlösungen aus handelsüblichen Enzympräparaten, die Pektinasen und Cellulasen, Hemicellulasen und/oder Proteasen enthalten.

- Enzymbehandlung des verdünnten Konzentrates mit der Enzymlösung über eine Stunde bei 40° - 55°C, wobei die Enzymkonzentration das doppelte bis dreifache der empfohlenen Herstellerdosage beträgt.

- Abkühlen des Produktes auf 20°C.

- Trübstoffsedimentation über einen Zeitraum von 10 bis 20 h.

- Trübstoffabtrennung durch Filtration mit einem herkömmlichen Filter, dessen Trenngrenze bei 0,2 - 3 µ liegt.

- Pasteurisieren des Vorproduktes mit einer Haltezeit zwischen 15 - 60 sec bei 97°C.

2. Ultrafiltration des Vorproduktes zur Anreicherung

der Polyphenole und Verminderung der Zucker und Säuren unter Verwendung einer asymmetrischen Ultrafiltrationsmembran, wobei geeignete Membranen einen Wasserfluß (Rührzelle, 3 bar, 20°C) von 20 - 300 l/m<sup>2</sup>h aufweisen, und wobei ein Rückhalt (Rührzelle, 3 bar, 20°C) für die Testsubstanz PVP K30 von mindestens 94% gegeben ist. Für die Ultrafiltration im Produktionsmaßstab werden Plattenmodule oder Wickelemente eingesetzt. Die Membranen weisen eine Trenngrenze zwischen 2.000 - 20.000 Dalton auf. Die Druckdifferenz beträgt 10 - 20 bar. Die Überströmgeschwindigkeit beträgt das 1,4 - 1,6-fache der vom Hersteller angegebenen minimalen Überströmgeschwindigkeit. Die Prozeßtemperatur liegt bei 20 - 30°C.

- Vorlegen von 10 - 30% des Vorproduktes in einem Arbeitstank und Starten der Ultrafiltration, wobei die restlichen 70 - 90% des Vorproduktes kontinuierlich in den Arbeitstank entsprechend dem Permeatfluß eingeleitet werden. Der Permeatfluß beträgt in der Anfangsphase 10 - 15 l/m<sup>2</sup> h und nimmt während des Prozesses auf 4-6 l/m<sup>2</sup> h ab.
- Ggf. wiederholte Ultrafiltration des Retentats.
- Beendigung der Ultrafiltration bei Erreichen einer Polyphenolkonzentration von 7 - 15 %.
- Pasteurisieren des Retentats bzw. des Endprodukts mit einer Haltezeit zwischen 15-60 sec bei 97°C.

[0010] Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Frucht- und Gemüsesaftkonzentrate zeichnen sich durch eine Anthocyankonzentration von 2,5 - 5 % aus, d. h. es liegt eine Anreicherung um den Faktor 2 - 5 vor. Der Anteil der Mono- und Disaccharide liegt bei < 5 %, was einer Verringerung um den Faktor 5 - 20 entspricht. Der Wassergehalt beträgt 50 - 70%, der damit gegenüber dem Rohprodukt um den Faktor 1,3 - 2,3 erhöht wurde. Weiterhin ergibt sich eine Erhöhung des Polyphenolgehaltes um den Faktor 1,5-3,0.

[0011] Die erfindungsgemäß hergestellten Frucht- und Gemüsesäfte sind daher durch ihre verbesserte Zusammensetzung in idealer Weise geeignet, z. B. als hochwertige Lebensmittelzusätze im Bereich "health food / functional food" verwendet zu werden.

[0012] Weitere vorteilhafte Ausgestaltungen sind in den Unteransprüchen gekennzeichnet.

[0013] Nachstehend wird die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert.

#### 1. Herstellung des Vorproduktes

[0014] Es wird als Edukt ein Fruchtsaftkonzentrat (z.B. aus Aroniabeeren oder Schwarzen Johannisbeeren) mit 65 Brix, einem Wassergehalt (K.F.) von 30 - 40 %, einem Farbstoffgehalt (Anthocyane) von 0,8 - 1,0%, einem Polyphenolgehalt von 50-55g/l verwendet.

[0015] Das Fruchtsaftkonzentrat wird 1:4 mit Wasser verdünnt und anschließend enzymatisch mit einem Enzymprodukt (Hauptaktivität: Pektinasen / Nebenaktivität: Cellulasen, Hemicellulasen) sowie einem weiteren Enzymprodukt (Hauptaktivität: Pektinasen, Nebenaktivität: Proteasen) behandelt, wobei die Zusammensetzung des mit Enzymen versetzten Fruchtsaftkonzentrates sich wie folgt darstellt:

20,00 %	Fruchtsaftkonzentrat
79,92 %	Wasser
0,08 %	Enzymmischung.

[0016] Es werden für die Behandlung 10% wässrige Verdünnungen der Enzympräparate hergestellt. Das Konzentrat wird in Wasser verrührt und auf 40°C erwärmt. Danach werden langsam die Enzymlösungen zugesetzt und die Mischung 1 h bei 40°C gerührt und anschließend auf 20°C abgekühlt.

[0017] Zur Sedimentation der Trubstoffe wird das Vorprodukt über Nacht stehen gelassen. Am nächsten Tag erfolgt eine Beutelfiltration (Porengröße: 0,5 µm) zur Abtrennung der Trubstoffe.

[0018] Das klare Vorprodukt wird anschließend pasteurisiert, wobei die Haltezeit 15 sec bei 97°C beträgt.

#### 2. Ultrafiltration des Vorproduktes

[0019] Es wird eine asymmetrische Polyethersulfonmembran in der Konfiguration 6,2" x 38" Wickelement verwendet. Es werden zwei parallel geschaltete 6,2" Druckrohre mit je drei seriell geschalteten Spiralen benutzt. Die Anordnung ist vertikal. Die Membranfläche pro Element beträgt 14,4 m<sup>2</sup>, so daß sich eine Gesamtmembranfläche von 86,4 m<sup>2</sup> ergibt. Die Prozeßparameter sind wie folgt:

Druck:	11 bar
Temperatur:	<25°C
Überströmgeschwindigkeit:	20 m <sup>3</sup> /h
Zuspeisung von Feed:	kontinuierlich (Leistung der Doppelmembranpumpe: 1 m <sup>3</sup> /h)
Permeatfluß Anfangsphase:	1,0 m <sup>3</sup> /h
Endphase:	0,3 m <sup>3</sup> /h

[0020] Das erhaltene Vorprodukt gemäß 1. wird der Ultrafiltration unterzogen, die bei Erreichen einer Anthocyankonzentration 3 - 4 % beendet wird. Anschließend wird das Retentat pasteurisiert bei einer Haltezeit von 45 sec bei 97°C. Das pasteurisierte Produkt stellt das Endprodukt dar.

Eigenschaften des Endproduktes

[0021]

Anthocyankonzentration: 3 - 4 %  
 Red. Zucker: < 5 %  
 Wassergehalt: 60 - 65 %  
 Polyphenolgehalt: 9 - 10 %

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung von Frucht- und Gemüsesaftkonzentraten mit erhöhtem Polyphenolgehalt und verminderten Zucker- und Säuregehalt, dadurch gekennzeichnet,

daß zur Herstellung eines Vorproduktes der Frucht- oder Gemüsesaft oder ein entsprechendes Konzentrat, das mit Wasser verdünnt wird, mit einer Mischung aus Pektinasen und Cellulasen, Hemicellulasen und/oder Proteasen enzymatisch behandelt wird, wobei die entstehenden Trubstoffe nach Sedimentation abfiltriert werden, und daß das erhaltene Vorprodukt zur Erlangung des Frucht- oder Gemüsesaftkonzentrates einer Ultrafiltration unterzogen wird, wobei die Trenngrenze des Filters zwischen 2.000 und 20.000 Dalton liegt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,

daß die Verdünnung des Konzentrats mit Wasser im Verhältnis 1:2 bis 1:9 erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 3, dadurch gekennzeichnet,

daß die Enzymbehandlung über einen Zeitraum von einer Stunde durchgeführt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet,

daß die Enzymbehandlung bei 40 - 55°C durchgeführt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet,

daß nach der Enzymbehandlung das Vorprodukt auf Raumtemperatur abgekühlt wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet,

daß die Filtration der Trubstoffe mit einem her-

kömmlichen Filter, dessen Trenngrenze bei 0,2 - 3 µ liegt, durchgeführt wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet,

daß das Endprodukt, d. h. das Frucht- oder Gemüsesaftkonzentrat und ggf. das Vorprodukt pasteurisiert werden.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet,

daß für die Ultrafiltration eine asymmetrischen polymere Ultrafiltrationsmembran verwendet wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet,

daß als asymmetrischen polymere Ultrafiltrationsmembran Polysulfonmembranen, Polyethersulfonmembranen und deren hydrophile Varianten, Polyaramidmembranen und deren hydrophile Varianten verwendet werden.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet,

daß das Membranverfahren zur Ultrafiltration druckbetrieben ist.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet,

daß die Prozeßtemperatur der Ultrafiltration bei 20 bis 30°C liegt.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet,

daß die Ultrafiltration mehrfach durchgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet,

daß die Beendigung der Ultrafiltration bei Erreichen einer Polyphenolkonzentration von 7 - 15 % erfolgt.

14. Frucht- oder Gemüsesaftkonzentrat, dadurch gekennzeichnet,

daß das Frucht- oder Gemüsesaftkonzentrat einen Polyphenolgehalt von 70 - 150 g/l, eine Anthocyankonzentration von 2,5 - 5 %, einen Anteil von Mono- und Disacchariden < 5 % und

einen Wassergehalt von 50 - 70% aufweist.

15. Verwendung der Frucht- und Gemüsesaftkonzentrate, die nach dem Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13 hergestellt sind, als Lebensmittelzusatz. 5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

5



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 98 12 2956

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
Y	WO 91 06226 A (NOVO NORDISK A/S) 16. Mai 1991 * Seite 3, Zeile 5-7 - Zeile 24-26; Beispiel 1 *	1	A23L1/08 A23L2/84
Y	WO 98 24331 A (BARTH FRUIT AG) 11. Juni 1998 * Ansprüche 1,7 *	1	
A	US 4 177 295 A (KUBÁNEK VLADIMIR ;ET AL) 4. Dezember 1979 * Beispiel 6 *	1,14	
A	US 4 008 339 A (MATSUDA SHOGO;ET AL) 15. Februar 1977	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.8)
			A23L
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort <b>BERLIN</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>20. Mai 1999</b>	Prüfer <b>Caturla Vicente, V</b>
<p>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</p> <p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichttechnische Offenbarung P : Zwischenliteratur</p> <p>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument &amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>			

EPO FORM 1503 03/82 (P4/C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 98 12 2956

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

20-05-1999

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9106226 A	16-05-1991	AT 98841 T	15-01-1994
		AU 634597 B	25-02-1993
		AU 6623890 A	31-05-1991
		DE 69005457 D	03-02-1994
		DE 69005457 T	14-04-1994
		DK 498829 T	21-03-1994
		EP 0498829 A	19-08-1992
		ES 2047955 T	01-03-1994
		JP 5501354 T	18-03-1993
		US 5731018 A	24-03-1998
WO 9824331 A	11-06-1998	KEINE	
US 4177295 A	04-12-1979	KEINE	
US 4008339 A	15-02-1977	JP 991968 C	27-03-1980
		JP 51079790 A	12-07-1976
		JP 54029599 B	25-09-1979
		CA 1060257 A	14-08-1979
		DE 2558547 A	08-07-1976
		FR 2295771 A	23-07-1976
		GB 1536870 A	20-12-1978

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82